



Europäisches Patentamt

(19)

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 539 989 B1

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des

(51) Int. Cl. 6: C07C 17/00, C07C 19/08

Hinweises auf die Patenterteilung:  
18.06.1997 Patentblatt 1997/25

(21) Anmeldenummer: 92118515.3

(22) Anmeldedatum: 29.10.1992

(54) Verfahren zur Herstellung von 1,1,1,2,3,3,3-Heptatluorpropan (R 227)

Process for the preparation of 1,1,1,2,3,3,3-heptafluorpropane (R 227)

Procédé pour préparer 1,1,1,2,3,3,3-heptafluorpropane (R 227)

(84) Bisherige Vertragssstaaten:  
BE CH DE DK ES FR GB IT NL SE(72) Erfinder: Hopp, Peter, Dr.  
W-6238 Hofheim am Ta. (DE)

(30) Priorität: 01.11.1991 DE 4106054

(74) Vertreter: Jacques, Philippe et al  
Solvay S.A.  
Département Propriété Industrielle  
310, rue de Flansbeek  
1120 Bruxelles (BE)

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:

05.05.1993 Patentblatt 1993/18

(56) Entgegenhaltungen:  
EP-A-0 379 793 WO-A-91/05752(73) Patentinhaber: SOLVAY (Société Anonyme)  
B-1050 Bruxelles (BE)

EP 0 539 989 B1

Anmerkung: Innerhalb von zwölf Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelebt, wenn die eingereichten Unterlagen beim Patentamt eingegangen sind (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

## EP 0 539 989 B1

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von 1,1,1,2,3,3,3-Heptafluorpropan (R 227) durch Hydrodechlorierung von 2-Chlorheptafluorpropan an einem Katalysator. R 227 ist als Treibgas und in Klimaanlagen einsatzbar.

Die Herstellung von R 227 aus Hexafluorpropan und Fluorwasserstoff mit Hilfe eines Aktivkohle-Katalysators ist bereits bekannt (GB-PG 902 590). Allerdings befinden sich im Produkt ungesättigte, giftige Verbindungen, z.B. unumgesetztes Hexafluorpropan.

Aus WO 91/05752 ist die Herstellung von R 227 durch Cu/H-Austausch an 2-Chlorheptafluorpropan in einem Nickel-Reaktor bekannt. In der EP A-0 379 793 wird die Hydrodechlorierung von Chloratetrafluorethen an Hydriekatalysatoren auf Trägern beschrieben.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von 1,1,1,2,3,3,3-Heptafluorpropan, dadurch gekennzeichnet, daß man 2-Chlorheptafluorpropan mit Wasserstoff in einem Molverhältnis von 1:1 bis 1:3 in der Gasphase an einem Palladium enthaltenden Träger-Katalysator bei Temperaturen von 100 bis 300°C und Drücken von 1 bis 5 bar umsetzt.

Als Trägermaterial sind beispielsweise geeignet Aktivkohle, Lithium-Aluminium-Spinell, Aluminiumoxid; vorzugsweise verwendet man Aktivkohle.

Der Gehalt des Träger-Katalysators an Pd beträgt im allgemeinen 0,2 bis 5 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Katalysators.

Die Reaktionstemperatur beträgt vorzugsweise 200 bis 300°C.

Pro Mol 2-Chlorheptafluorpropan werden 1 bis 3 Mol Wasserstoff eingesetzt.

Da es sich beim erfindungsgemäßen Verfahren um eine Hydrodechlorierung unter hydridernden Bedingungen handelt, entstehen im Unterschied zu dem bekannten Verfahren gemäß GB-PG 902 590 keine ungesättigten Verbindungen, insbesondere keine giftigen.

Die Herstellung des als Ausgangsmaterial eingesetzten 2-Chlorheptafluorpropan ist in Chemical Abstracts (C91-001038) beschrieben.

Das entstehende Gasgemisch wird mit Wasser gewaschen, entäuft und kondensiert. Eine GC-Analyse zeigt die Zusammensetzung des so gewonnenen Ruhgases.

## Beispiel

Ein senkrecht angeordneter, elektrisch beheizter Rührreaktor aus Stahl (Länge = 100 cm, Durchmesser = 2 cm) wurde mit 200 ml Aktivkohle beschickt, die mit 0,7 Gew.-% Palladium dotiert war.

Der Katalysator wurde 6 Stunden lang bei 250°C unter Durchflüssen von 5 l Wasserstoff pro Stunde konditioniert. Danach wurden 0,4 Mol/h  $CF_3CClF-CF_3$  und 1 Mol/h Wasserstoff bei 250°C und Normaldruck einge-

sert. Die den Reaktor verlassenden Reaktionsgase passierten eine Wasserwäsche mit anschließender Trocknung und Kondensation bei -15°C.

Umsatz: 89 %  
Selektivität: 85 %

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von 1,1,1,2,3,3,3-Heptafluorpropan, dadurch gekennzeichnet, daß man 2-Chlorheptafluorpropan mit Wasserstoff in einem Molverhältnis von 1:1 bis 1:3 in der Gasphase an einem Palladium, enthaltenden Träger-Katalysator bei Temperaturen von 100 bis 300°C und Drücken von 1 bis 5 bar umsetzt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Gehalt des Träger-Katalysators an Pd, 0,2 bis 5 Gew.-% beträgt.

## Claims

1. A process for the preparation of 1,1,1,2,3,3,3-heptafluorpropane, characterized in that 2-chloroheptafluoropropane is reacted with hydrogen in a molar ratio of from 1:1 to 1:3 in the gas phase on a palladium containing supported catalyst at temperatures of from 100 to 300°C and pressures of from 1 to 5 bar.

2. The process as claimed in claim 1, wherein the Pd content of the supported catalyst is from 0,2 to 5 % by weight.

## Revendications

1. Procédé de préparation du 1,1,1,2,3,3,3-heptafluorpropane, caractérisé en ce que l'on fait réagir du 2-chloroheptafluoropropane avec de l'hydrogène dans un rapport molaire allant de 1:1 à 1:3, en phase gazeuse, sur un catalyseur-support contenant du palladium, à des températures allant de 100 jusqu'à 300°C et à des pressions allant de 1 jusqu'à 5 bar.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la teneur en Pd du catalyseur-support est de 0,2 à 5% en poids.